

(19) DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäÙ § 5 Absatz 1 des Aenderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

155 295

Int.Cl.³

3(51) B 01 D 11/04

C 22 B 15/00

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veroeffentlicht

(21) WP B 01 D/ 220 832

(22) 02.05.80

(44) 02.06.82

(71) siehe (72)

(72) BEGER, JOERG, PROF. DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.; UHLIG, EGON, PROF. DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.;
DINJUS, UTE, DR. RER. NAT. DIPL.-CHEM.; WAGNER, GUNTER, DIPL.-CHEM.; DD;

(73) siehe (72)

(74) VEB FETTCHEMIE, ABT. INFORMATION UND SCHUTZRECHTE, 9010 KARL-MARX-STADT, NEEFESTR.
119/125

(54) VERFAHREN ZUR EXTRAKTION VON KUPFER AUS WAESSRIGEN LOESUNGEN

(57) Die hydrometallurgische Kupfergewinnung unter Einsatz der Fluessig-Fluessig-Extraktion und Verwendung organischer Extragenzien besitzt bereits technische Bedeutung. Ein Entwicklungsziel stellt die Verbesserung der technischen Verfahren durch Einfuehrung billigerer Extragentien mit hoher Selektivitaet dar. In der vorliegenden Erfindung wird diesem Ziel durch Anwendung von kostenguenstig und technisch einfach herzustellenden 2-(o-Hydroxyphenyl)-benzimidazolen entsprochen. Dabei wird die Loeslichkeit in organischen Medien durch Einfuehrung laengerer Kohlenwasserstoff-Reste und die pH-Funktionalitaet durch Einfuehrung acidifizierender Nitrogruppen gesteuert. Die Synthese erfolgt aus Salicylsaeturederivaten und 1,2-Diaminobenzol bzw. dessen Derivaten.

Verfahren zur Extraktion von Kupfer aus wäßrigen Lösungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung bezieht sich auf das Gebiet der Hydrometallurgie und dient der Aufbereitung wäßriger Kupfersalzlösungen zur Metallgewinnung.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

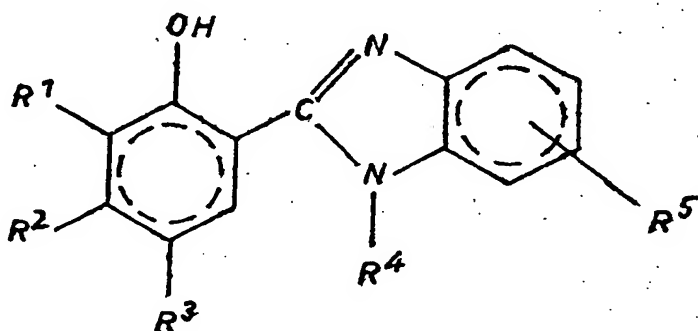
Für die Extraktion von Kupfer aus wäßrigen Metallsalzlösungen sind verschiedene Verfahren bekannt, die den Nachteil aufweisen, daß die Herstellung der eingesetzten Extraktionsmittel mit hohem ökonomischem Aufwand verbunden ist. Angewendet werden Extragenzien der LIX-Reihe (US-PS 3 655 347, US-PS 3 224 873) und der Kelex-Reihe (US-PS 3 637 711, US-PS 3 725 046). Einige andere Stoffe werden lediglich zur Anwendung vorgeschlagen (US-PS 3 637 476, US-PS 3 843 667, US-PS 4 123 435, DE-OS 2 703 593). Bei der Synthese der LIX-Verbindungen sind insbesondere solche Reaktionsschritte wie die Umlagerung unter Einwirkung von Aluminiumchlorid und die vollständige Oximierung von Ketonen technisch schwer zu beherrschen. Die Kelex-Verbindungen erfordern zu ihrer Herstellung zahlreiche, z.T. nicht einfach durchzuführende Syntheseschritte. Auch die Herstellung der weiteren vorgeschlagenen Extragenzien ist technisch und ökonomisch aufwendig.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist ein Verfahren, in dem mit einfach herstellbaren und demzufolge billigen Extraktionsmitteln Kupfer aus wäßrigen sauren Lösungen selektiv extrahiert werden kann.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe wird entsprechend der Erfindung dadurch gelöst, daß eine Metallsalzlösung mit der Lösung eines substituierten 2-(o-Hydroxyphenyl)benzimidazols der allgemeinen Formel



in einem organischen Lösungsmittel kontaktiert wird. Die beiden Phasen werden danach in bekannter Weise getrennt, und die organische Phase wird einer Rückextraktion mit verdünnter Mineralsäure unterworfen.

In der Formel bedeuten R^1 Wasserstoff, Chlor, eine Nitro- oder eine Alkylgruppe, R^2 Wasserstoff oder eine Alkoxygruppe, R^3 Wasserstoff, Chlor, eine Nitro- oder eine Alkylgruppe, R^4 und/oder R^5 Wasserstoff oder eine Alkylgruppe.

Die 2-(o-Hydroxyphenyl)benzimidazole sind leicht aus industriell zugänglichen Salicylsäurederivaten sowie Derivaten des 1,2-Diaminobenzens darstellbar. Zur Verringerung der Löslichkeit der Reagenzien in Wasser verwendet man zweckmäßig kern- oder N-alkylierte 1,2-Diaminobenzene, bzw. auch kern-alkylierte oder kernalkoxylierte Salicylsäuren und Salicylsäurederivate.

So sind zum Beispiel einsetzbar:

Salicylsäurephenylester, 5-Isononyl-salicylsäurephenylester, 3,5-Di-tert-butylsalicylsäure, 4-Alkoxy-salicylsäuremethylester, N-Dodecyl-1,2-diaminobenzene und 1,2-Diamino-4-alkylbenzene. Die Komponenten werden in einfacher Weise durch Er-

hitzen miteinander umgesetzt. Für technische Anwendungen ist die Reinigung durch Kristallisation nicht unbedingt erforderlich.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1

1-Octyl-2-(o-hydroxyphenyl)benzimidazol

Äquimolare Mengen von N-Octyl-1,2-diaminobenzen und Salicylsäurephenylester werden 4 Stunden auf 240 - 250 °C erhitzt. Das erhaltene Rohprodukt wird über das Hydrochlorid gereinigt.

Fp = 38 - 40 °C

Analyse	C	H	N
ber.	78,22	8,13	8,69
gef.	78,27	7,94	8,83

Ausbeute = 73 % d.Th.

Beispiel 2

1-Dodecyl-2-(2-hydroxy-5-nitrophenyl)benzimidazol

Äquimolare Mengen von N-Dodecyl-1,2-diaminobenzen und 5-Nitrosalicylsäurephenylester werden 4 Stunden auf 190 - 200 °C erhitzt und das erhaltene Rohprodukt durch Umkristallisieren aus n-Heptan gereinigt.

Fp = 65 °C

Analyse	C	H	N
ber.	70,89	7,85	9,92
gef.	70,94	7,74	10,08

Ausbeute = 67 % d.Th.

Beispiel 3

Eine salpetersaure Lösung, die 10 g/l Nitrat und 0,1 g/l Kupfer enthält, wird mit einer Lösung von 1 - 5 g/l 2(o-Hydroxyphenyl)benzimidazol in Amylalkohol im Phasenverhältnis $V_w/V_o = 1/1$ in innigen Kontakt gebracht. Dabei wird das Kupfer in einem pH-Bereich von 3,5 - 4,5 quantitativ extrahiert.

Beispiel 4

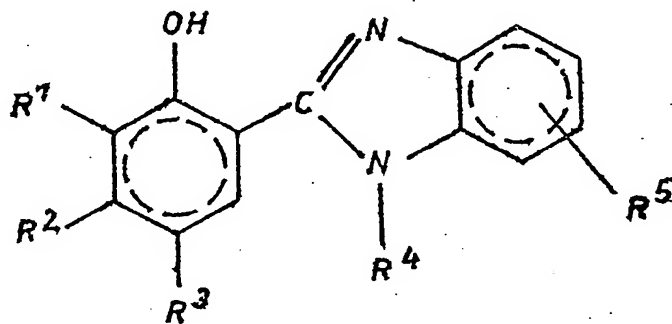
Eine salpetersaure Lösung, die 10 g/l Nitrat und 0,1 g/l Kupfer enthält, wird mit einer Lösung von 3 - 5 g/l 1-Octyl-2(2-hydroxy-5-nitrophenyl)benzimidazol in Toluol im Phasenverhältnis $V_w/V_o = 1/1$ extrahiert. Dabei wird das Kupfer in einem pH-Bereich von 3,5 - 4,5 quantitativ in die organische Phase überführt.

Beispiel 5

Eine salpetersaure Lösung, die 10 g/l Nitrat und 0,1 g/l Kupfer enthält, wird mit einer Lösung von 3 - 5 g/l 1-Octyl-2(2-hydroxy-5-nitrophenyl)benzimidazol in Chloroform im Phasenverhältnis $V_w/V_o = 1/1$ extrahiert. Dabei wird das Kupfer in einem pH-Bereich von 3 - 4 quantitativ in die organische Phase überführt.

Erfindungsanspruch

Verfahren zur Flüssig-Flüssig-Extraktion von Kupfer aus wäßrigen Metallsalzlösungen, gekennzeichnet dadurch, daß die Metallsalzlösung mit der Lösung eines substituierten 2-(o-Hydroxyphenyl)benzimidazols der allgemeinen Formel



in der R^1 Wasserstoff, Chlor, eine Nitro- oder eine Alkylgruppe, R^2 Wasserstoff oder eine Alkoxygruppe, R^3 Wasserstoff, Chlor, eine Nitro- oder eine Alkylgruppe, R^4 und/oder R^5 Wasserstoff oder eine Alkylgruppe bedeuten, in einem organischen Lösungsmittel kontaktiert wird, die beiden Phasen in bekannter Weise getrennt werden und anschließend die organische Phase der Rückextraktion unterworfen wird.